



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103910877 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 25

(21) 申请号 201210592812. 0

CN 102076770 A, 2011. 05. 25,

(22) 申请日 2012. 12. 31

US 5245005 A, 1993. 09. 14,

(73) 专利权人 中国科学院化学研究所

CN 1467236 A, 2004. 01. 14,

地址 100190 北京市海淀区中关村北一街 2  
号

审查员 马博文

(72) 发明人 马永梅 彭中樑 曹新宇 赵斌  
贺丹

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司  
31002

代理人 李柏

(51) Int. Cl.

C08G 69/28(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102066462 A, 2011. 05. 18,

CN 101058670 A, 2007. 10. 24,

CN 101421332 A, 2009. 04. 29,

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

一种透明聚酰胺及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及透明聚酰胺及其制备方法。本发明是利用共聚反应的方法及脂肪族二酸单体与脂环族二胺单体结构上的特点，通过将脂肪族二酸和脂环族二胺与酰胺盐进行共聚反应，制备得到了一种在可见光波长范围内的光透过率能达到80%以上的透明聚酰胺材料。由于这种透明聚酰胺材料在制备过程中结晶速率缓慢，晶粒生长困难，最终形成了具有微晶结构特点的透明聚酰胺材料。由于构成这种具有微晶结构特点的透明聚酰胺材料中的结晶部分的晶粒尺寸小于可见光波长，因而该材料具有透明性。同时，这种具有微晶结构的透明聚酰胺材料仍然具有较高的结晶度，能保持较高的机械强度。

1. 一种透明聚酰胺，其是由以下重量份的原料经混合熔融聚合后得到的，其特征是，以酰胺盐的重量份为基准：

酰胺盐	100
脂肪族二酸	25~100
脂环族二胺	25~100
分子量微调剂	0.01~1
催化剂	0.02~0.5
分子量控制剂	5~30
溶剂	100~400

所述的酰胺盐选自尼龙66盐、尼龙610盐和尼龙612盐中的一种或几种；

所述的脂肪族二酸选自己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一碳二酸和十二碳二酸中的一种或几种；

所述的脂环族二胺选自4,4'-二氨基-二环己基甲烷、4,4'-二氨基-二环己基丙烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷和异佛尔酮二胺中的一种或几种；

所述的透明聚酰胺中的结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成，在可见光波长范围390nm~770nm内的光透过率在80%以上。

2. 根据权利要求1所述的透明聚酰胺，其特征是：所述的分子量微调剂选自苯甲酸和乙酸中的一种。

3. 根据权利要求1所述的透明聚酰胺，其特征是：所述的催化剂选自次亚磷酸和N-乙酰基己内酰胺中的一种。

4. 根据权利要求1所述的透明聚酰胺，其特征是：所述的分子量控制剂选自己二酸和十二碳二酸中的一种。

5. 根据权利要求1所述的透明聚酰胺，其特征是：所述的溶剂选自去离子水、N-甲基吡咯烷酮和间甲酚中的一种。

6. 一种根据权利要求1~5任意一项所述的透明聚酰胺的制备方法，其特征是，所述的制备方法包括以下步骤，以酰胺盐的重量份为基准：

(1) 将100~400重量份的溶剂加入到反应釜中，打开搅拌器，将100重量份的酰胺盐、5~30重量份的分子量控制剂、25~100重量份的脂肪族二酸和25~100重量份的脂环族二胺加入到溶剂中，搅拌混合均匀后，向反应釜中加入0.01~1重量份的分子量微调剂和0.02~0.5重量份的催化剂，继续搅拌，直到以上所有原料混合均匀为止；

(2) 密闭步骤(1)的反应釜，对反应釜进行充氮气及抽真空处理以排出反应釜内的空气；然后向反应釜内充入氮气，使反应釜内的初始压强维持在0.2~0.5MPa之间；

(3) 将步骤(2)的初始压强维持在0.2~0.5MPa之间的反应釜的温度由室温在60~120分钟内均匀升温至温度为180~230℃，并保温30~90分钟，同时将反应釜内的压强维持在1.5~2MPa之间；然后继续加热反应釜，使得反应釜的温度在90~180分钟内由温度为180~220℃升温至温度为260~300℃，在此期间，匀速降低反应釜内的压强至常压，并排除反应釜内的气体物质；在温度为260~300℃保温30~90分钟后，打开真空泵，将反应釜内的压强降低至0.003~0.1mbar，并在该压强下持续1~4小时；停止搅拌，向反应釜内充入氮气，使

反应釜内的压强由0.003~0.1mbar升高至0.2~0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明熔体经冷却后得到透明聚酰胺。

## 一种透明聚酰胺及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于聚酰胺及聚酰胺共聚物的制备和生产领域,特别涉及一种透明聚酰胺及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 聚酰胺作为高分子材料大家庭中的一员,开发最早,应用最广,需求最多,研究最成熟,其制备合成方法以及相关物理化学性能在许多文献和专利中均有报道。聚酰胺具有强度高,热稳定性好,耐环境等较好优点,使得其在汽车、电子电器、工业机械、纺织、消费品和其它一些工业中得到了广泛的应用。

[0003] 通常将物质在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率达到80%以上时,定义为具有透明性。透明聚酰胺作为一类具有特殊性能和用途的聚酰胺,已经得到越来越多的重视和研究。欧洲专利EP50742,美国专利US2696482,US2512606和德国专利DE1595354,DE3717928等描述了多种透明聚酰胺的制备方法。通过以上报道发现,要使聚酰胺高分子材料具有透明性,首先要在原料选择上应确保其在熔融条件下呈现为无色透明状态,然后通过相关方法改变或抑制聚合物的结晶过程,当聚合物不结晶或者只能形成微晶(晶粒尺寸小于可见光波长)时,其对可见光的散射作用很小,因而可见光能够透过物质,材料显示为透明性。无定形聚合物往往力学强度较低,而具有高结晶度微晶结构的聚合物具有很好的力学强度和耐溶剂性。为了得到这种具有微晶结构的透明聚酰胺材料,在单体选择上往往需要加入长链脂肪族二酸和脂环族二胺作为反应原料。其中,环状结构的引入,使得聚合物分子链的空间立构规整性降低,并且减弱了分子链间的氢键作用,导致聚合物结晶过程不完善,最终只能形成晶粒尺寸小于可见光波长的微晶。

[0004] 传统的聚酰胺如尼龙66、尼龙610和尼龙612其较高的结晶度保证了其力学强度,但由于结晶过程十分容易形成球晶,而球晶直径大于可见光波长,导致这种聚酰胺不具备透明性,本发明通过引入透明聚酰胺的制备过程中所需的相关原料,将其与酰胺盐如尼龙66盐、尼龙610盐和尼龙612盐分别进行共聚反应,制备合成一种新型的透明聚酰胺,使得产物具有高强度、高结晶度优点的同时,又具有透明性的特点。制备过程中所选择的相关原料,对人体危害小,利于回收和存放,得到的透明聚酰胺,是一种功能型聚酰胺。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的之一是提供一种透明聚酰胺材料。

[0006] 本发明的目的之二是通过将酰胺盐与脂肪族二酸单体和脂环族二胺单体进行共聚反应,从而提供一种透明聚酰胺材料的制备方法。

[0007] 本发明是利用共聚反应的方法,及利用脂肪族二酸单体与脂环族二胺单体结构上的特点,通过将毒害性很小,几乎不会对环境造成污染的脂肪族二酸和脂环族二胺与酰胺盐进行共聚反应,制备得到了一种在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率能达到80%以上的透明聚酰胺材料。通过调节脂环族二胺单体的成分含量,可以控制产物的外观特

征,在得到透明聚酰胺材料的同时,也兼具了传统聚酰胺如尼龙66、尼龙610、尼龙612的一些优良的性能。传统聚酰胺如尼龙66、尼龙610、尼龙612是一类极易结晶的物质,这使得这些聚酰胺具有较高的强度,但是由于晶粒尺寸较大,使可见光无法透过。本发明的透明聚酰胺材料在制备过程中结晶速率缓慢,晶粒生长困难,透明聚酰胺材料中的结晶部分形成的晶粒尺寸小于可见光波长,为微晶结构,因此该材料具有透明性。同时,由于这种具有微晶结构的透明聚酰胺材料仍然具有较高的结晶度,使材料能保持这些聚酰胺性能上的优点,尤其是拉伸强度没有显著的降低。另外,所选择脂肪族二酸单体和脂环族二胺单体,对人体毒害小,所以不会对环境造成污染,成本适中,得到的透明聚酰胺属于环境友好型材料。

[0008] 本发明的透明聚酰胺是由以下重量份的原料经混合熔融聚合后得到的,以酰胺盐的重量份为基准,其中:

酰胺盐	100
脂肪族二酸	25~100
脂环族二胺	25~100
[0009] 分子量微调剂	0.01~1
催化剂	0.02~0.5
分子量控制剂	5~30
溶剂	100~400

[0010] 所述的透明聚酰胺中的结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成(在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率能达到80%以上)。

[0011] 所述的酰胺盐选自尼龙66盐、尼龙610盐和尼龙612盐中的一种或几种。

[0012] 所述的脂肪族二酸选自己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一碳二酸和十二碳二酸中的一种或几种。

[0013] 所述的脂环族二胺选自4,4'-二氨基-二环己基甲烷、4,4'-二氨基-二环己基丙烷、3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷和异佛尔酮二胺中的一种或几种。

[0014] 所述的分子量微调剂选自苯甲酸和乙酸中的一种。

[0015] 所述的催化剂选自次亚磷酸和N-乙酰基己内酰胺中的一种。

[0016] 所述的分子量控制剂选自己二酸和十二碳二酸中的一种。

[0017] 所述的溶剂选自去离子水、N-甲基吡咯烷酮和间甲酚中的一种。

[0018] 本发明的透明聚酰胺的制备方法包括以下步骤,以酰胺盐的重量份为基准:

[0019] (1)将100~400重量份的溶剂加入到反应釜中,打开搅拌器,将100重量份的酰胺盐、5~30重量份的分子量控制剂、25~100重量份的脂肪族二酸和25~100重量份的脂环族二胺加入到溶剂中,搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.01~1重量份的分子量微调剂和0.02~0.5重量份的催化剂,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0020] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2~0.5MPa之间;

[0021] (3)将步骤(2)的初始压强维持在0.2~0.5MPa之间的反应釜的温度由室温在60~120分钟内均匀升温至温度为180~230℃,并保温30~90分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5~2MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在90~180分钟内由温度为180

~220℃升温至温度为260~300℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为260~300℃保温30~60分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.1~0.003mbar,并在该压强下持续1~4小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.1~0.003mbar升高至0.2~0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明熔体经冰水浴淬火后得到透明聚酰胺。

[0022] 所述的透明聚酰胺中的结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成(在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率能达到80%以上)。

[0023] 本发明具有如下特点:

[0024] (1)本发明制备的透明聚酰胺,晶粒尺寸微小,外观具有透明性。

[0025] (2)本发明制备的透明聚酰胺,结晶度较高,具有传统聚酰胺如尼龙66、尼龙610、尼龙612的高拉伸强度的特点。

[0026] (3)本发明制备的透明聚酰胺能与其它添加剂如抗热氧老化剂,阻燃剂,着色剂等有效共混。

[0027] (4)本发明制备的透明聚酰胺,所选择的脂肪族二酸,脂环族二胺和酰胺盐,原料获取容易,价格适中,对环境无毒无害,得到的透明聚酰胺是一种功能聚酰胺。

## 具体实施方式

[0028] 实施例1

[0029] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将300g尼龙66盐、22g己二酸、120g十二碳二酸、120g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.5g苯甲酸和0.1g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0030] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2MPa之间;

[0031] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.2MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0032] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。用日本岛津公司的LIV-1601PC紫外可见分光光度计测试透明尼龙66的紫外光透过率,通过首都科技条件平台的DXL-10000拉伸机对其力学强度进行了表征,结果见表1。

[0033] 表1

	紫外光透过率	波长范围: 770-390nm	80%-90%
[0034]	屈服拉伸强度	MPa	72
	断裂拉伸强度	MPa	68

## [0035] 实施例2

[0036] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将270g尼龙66盐、20g己二酸、139g十二碳二酸、139g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.3g苯甲酸和0.08g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0037] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0038] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在120分钟内均匀升温至温度为220℃,并保温60分钟,同时将反应釜内的压强维持在2MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在180分钟内由温度为220℃升温至温度为285℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为285℃保温60分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续4小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0039] 制备得到的透明尼龙66在温度为285℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。用日本岛津公司的LIV-1601PC紫外可见分光光度计测试透明尼龙66的紫外光透过率,通过首都科技条件平台的DXL-10000拉伸机对其力学强度进行了表征,结果见表2。

## [0040] 表2

	紫外光透过率	波长范围: 770-390nm	85%-95%
[0041]	屈服拉伸强度	MPa	68
	断裂拉伸强度	MPa	63

## [0042] 实施例3

[0043] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将300g尼龙66盐、22g己二酸、100g十二碳二酸、100g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.5g苯甲酸和0.1g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0044] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0045] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在100分钟内均匀升温至温度为200℃,并保温50分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为200℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为

280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续2小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0046] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。用日本岛津公司的LIV-1601PC紫外可见分光光度计测试透明尼龙66的紫外光透过率,通过首都科技条件平台的DXL-10000拉伸机对其力学强度进行了表征,结果见表3。

[0047] 表3

	紫外光透过率	波长范围: 770-390nm	85%-98%
[0048]	屈服拉伸强度	MPa	66
	断裂拉伸强度	MPa	59

[0049] 实施例4

[0050] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将305g尼龙66盐、22g己二酸、102g十二碳二酸、108g3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.5g苯甲酸和0.1g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0051] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0052] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在120分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2~0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0053] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。用日本岛津公司的LIV-1601PC紫外可见分光光度计测试透明尼龙66的紫外光透过率,通过首都科技条件平台的DXL-10000拉伸机对其力学强度进行了表征,结果见表4。

[0054] 表4

	紫外光透过率	波长范围: 770-390nm	91%-99%
[0055]	屈服拉伸强度	MPa	74
	断裂拉伸强度	MPa	67

[0056] 实施例5

[0057] (1)1000g间甲酚加入到反应釜中,打开搅拌器,将305g尼龙66盐、22g己二酸、102g

十二碳二酸、108g3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷,加入到间甲酚中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.5g苯甲酸和0.1g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0058] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0059] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0060] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。用日本岛津公司的LIV-1601PC紫外可见分光光度计测试透明尼龙66的紫外光透过率,通过首都科技条件平台的DXL-10000拉伸机对其力学强度进行了表征,结果见表5。

[0061] 表5

	紫外光透过率	波长范围: 770-390nm	96%-99%
[0062]	屈服拉伸强度	MPa	64
	断裂拉伸强度	MPa	58

[0063] 实施例6

[0064] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将280g尼龙66盐、15g作为分子量控制剂的十二碳二酸、121g作为脂肪族二酸的十二碳二酸、121g异佛尔酮二胺,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.5g苯甲酸和0.1g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0065] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0066] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0067] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透

明材料。

[0068] 实施例7

[0069] (1)将1000gN-甲基吡咯烷酮加入到反应釜中,打开搅拌器,将270g尼龙66盐、20g作为分子量控制剂的己二酸、138g作为脂肪族二酸的己二酸、159g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到N-甲基吡咯烷酮中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.3g苯甲酸和0.08g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0070] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0071] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0072] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。

[0073] 实施例8

[0074] (1)将3000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将320g尼龙66盐、15g己二酸、75g十一碳二酸、75g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.03g苯甲酸和0.06g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0075] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2MPa之间;

[0076] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.2MPa的反应釜的温度由室温在60分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在90分钟内由温度为180℃升温至温度为260℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为260℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.1mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.1mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0077] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。

[0078] 实施例9

[0079] (1)将1200g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将300g尼龙66盐、90g己二酸、

300g葵二酸、300g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入3g苯甲酸和1.5g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0080] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.5MPa之间;

[0081] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.5MPa的反应釜的温度由室温在120分钟内均匀升温至温度为230℃,并保温90分钟,同时将反应釜内的压强维持在2MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在180分钟内由温度为220℃升温至温度为300℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为300℃保温60分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续4小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0082] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。

#### [0083] 实施例10

[0084] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将290g尼龙66盐、70g己二酸、74g辛二酸和74g壬二酸、111g4,4'-二氨基-二环己基丙烷和111g3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.8g苯甲酸和0.3g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0085] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2MPa之间;

[0086] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.2MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为280℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为280℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙66熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙66。所得透明尼龙66(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0087] 制备得到的透明尼龙66在温度为280℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。

#### [0088] 实施例11

[0089] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将300g尼龙610盐、16g己二酸、139g十二碳二酸、139g4,4'-二氨基-二环己基-甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.2g苯甲酸和0.05g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0090] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2MPa之间;

[0091] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.2MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为210℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为210℃升温至温度为290℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为290℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.1mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.1mbar升高至0.5MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙610熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙610。所得透明尼龙610(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0092] 制备得到的透明尼龙610在温度为290℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。

### [0093] 实施例12

[0094] (1)将1000g去离子水加入到反应釜中,打开搅拌器,将300g尼龙612盐、21g己二酸、128g十二碳二酸、133g3,3'-二甲基-4,4'-二氨基-二环己基甲烷,加入到去离子水中;当原料搅拌混合均匀后,向反应釜中加入0.2g苯甲酸和0.05g次亚磷酸,继续搅拌,直到以上所有原料混合均匀为止;

[0095] (2)密闭步骤(1)的反应釜,对反应釜进行充氮气及抽真空处理3~5次以排出反应釜内的空气;然后向反应釜内充入氮气,使反应釜内的初始压强维持在0.2MPa之间;

[0096] (3)打开加热装置,将步骤(2)的初始压强维持在0.2MPa的反应釜的温度由室温在90分钟内均匀升温至温度为180℃,并保温30分钟,同时将反应釜内的压强维持在1.5MPa之间;然后继续加热反应釜,使得反应釜的温度在120分钟内由温度为180℃升温至温度为260℃,在此期间,匀速降低反应釜内的压强至常压,并排除反应釜内的气体物质;在温度为260℃保温30分钟后,打开真空泵,将反应釜内的压强降低至0.003mbar,并在该压强下持续1小时;停止搅拌,向反应釜内充入氮气,使反应釜内的压强由0.003mbar升高至0.2MPa,打开反应釜的出料阀,流出的无色透明尼龙612熔体经冰水浴淬火后得到透明尼龙612。所得透明尼龙612(结晶部分是由晶粒尺寸小于可见光波长的晶粒构成)在可见光波长范围(390nm~770nm)内的光透过率在80%以上。

[0097] 制备得到的透明尼龙612在温度为260℃时为无色透明均一熔体,淬火后为无色透明材料。